

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-170034

(43)Date of publication of application : 02.07.1996

(51)Int.Cl.

C09D 5/38

B05D 1/36

B05D 5/06

B05D 7/24

(21)Application number : 06-334512

(71)Applicant : NIPPON PAINT CO LTD

(22)Date of filing : 19.12.1994

(72)Inventor : MASUKO SHINICHI  
TAKAHASHI KOICHI  
NIIMI EIZO

## (54) METALLIC COATING COMPOSITION AND FORMATION OF FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a metallic coating composition containing an aluminum flake pigment capable of simultaneously imparting strong brightness and excellent appearance to a film and to provide an industrial method for forming the film.

CONSTITUTION: This metallic coating composition contains (A) 100 pts.wt. solids of a film-forming resin and (B) 0.1-30 pts.wt. aluminum flake pigment having  $20 \pm 5 \mu\text{m}$  average particle diameter D50, 0.5-1  $\mu\text{m}$  particle average thickness and  $\geq 2.7$  slope (n) in a Rosin-Rammler chart. Furthermore, the method for forming a film is to undercoat a substrate surface to be coated with the metallic coating composition, topcoat the resultant coated surface with a clear coating material and simultaneously cure the undercoat and topcoat.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.05.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 09.07.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-170034

(43) 公開日 平成8年(1996)7月2日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 5/38	P R F			
B 0 5 D 1/36		B 7415-4F		
5/06	1 0 1	A 7415-4F		
7/24	3 0 3	C 7415-4F		

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平6-334512	(71) 出願人	000230054 日本ペイント株式会社 大阪府大阪市北区大淀北2丁目1番2号
(22) 出願日	平成6年(1994)12月19日	(72) 発明者	益子 伸一 東京都品川区南品川4丁目1番15号 日本 ペイント株式会社東京事業所内
		(72) 発明者	高橋 孝一 東京都品川区南品川4丁目1番15号 日本 ペイント株式会社東京事業所内
		(72) 発明者	新美 英造 東京都品川区南品川4丁目1番15号 日本 ペイント株式会社東京事業所内
		(74) 代理人	弁理士 高畑 正也

(54) 【発明の名称】 メタリック塗料組成物および塗膜形成方法

(57) 【要約】

【目的】 塗膜に強い光輝感と優れた外観を同時に付与することができるアルミフレーク顔料を含有したメタリック塗料組成物とその工業的な塗膜形成方法を提供する。

【構成】 (A) 塗膜形成樹脂 100固形重量部と、(B) 平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 5 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み  $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ 、ロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が 2.7以上のアルミフレーク顔料 0.1~30重量部を含有するメタリック塗料組成物。被塗基材面に、前記のメタリック塗料組成物をベースコートしたのち、クリアー塗料をトップコートし、ベースコートおよびトップコートを同時に硬化させる塗膜形成方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 塗膜形成樹脂 100 固形重量部と、(B) 平均粒子径  $D_{50}$  が  $2.0 \pm 5 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み  $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ 、ロジニラムレー線図における勾配  $n$  が 2.7 以上のアルミフレーク顔料 0.1 ~ 30 重量部を含有することを特徴とするメタリック塗料組成物。

【請求項 2】 被塗基材面に、請求項 1 記載のメタリック塗料組成物をベースコートしたのち、クリアー塗料をトップコートし、ベースコートおよびトップコートを同時に硬化させることを特徴とする塗膜形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、例えば自動車、自転車、家電製品およびその部品等を対象とする工業塗装用として好適な強い光輝感および優れた塗膜外観を与えるメタリック塗料組成物とこれを用いた工業的に有利な塗膜形成方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 塗膜に光輝性の高級メタリック感を与える工業用塗料として、従来からアルミフレーク顔料を含む組成物が汎用されている。ところが、アルミフレーク顔料を配合した塗料組成物ではキラキラと輝く強い光輝感を発現する塗膜が得られ難いことから、アルミフレーク顔料とは異なるメタリック系顔料を含む塗料および塗装方法の開発が盛んに行われている。

【0003】 例えば、特開平 1-254279 号公報には特定の板状形態を有する  $\alpha$ -酸化鉄結晶を少なくとも 80 重量%含有する酸化鉄粒子とビヒクルからなるメタリック塗料を、低明度領域の着色塗膜上に塗り重ね、さらにクリアー塗料を塗り重ねる塗装仕上げ方法が、特開平 1-108278 号公報にはマイカ等のセラミックス製鱗片状基材の全表面に被覆された無機化合物被覆層に特定量の金属または合金を無電解めっき等により島状に点在させた顔料を含むメタリック塗膜が、また特開平 3-239769 号公報にはガラスフレークの表面を銀で被覆してなりん片状粒子をメタリック顔料として含有するメタリック塗料とその塗装法が提案されている。このうち、 $\alpha$ -酸化鉄を用いるメタリック塗料はアルミフレーク顔料系とは異なり、視点角度をずらしてもメタリック感を与える独特の光輝性を付与することができるが、比重が 5.2 と高いことから沈降し易い問題点がある。そのうえ、酸化鉄特有の黄褐色から黒灰色までの色調を持つ関係で濃色領域の塗装に限定される難点がある。一方、金属成分を島状にめっきした干渉マイカや銀を被覆したガラスフレークなどは顔料が高価となるうえ、優れた意匠性があっても実用面に難点があり汎用の塗装に対しては制約がある。

【0004】 上記の技術とは観点を異にするメタリック仕上げ方法として、特開平 2-107377 号公報には形状が円形ないし楕円形もしくはこれらに近似する丸み

を持った厚さが  $0.3 \sim 1.5 \mu\text{m}$  で粒子径が実質的に  $44 \mu\text{m}$  以下の金属粉末を含むメタリック塗料を、サーキュレーション配管によって塗装ガンに供給する方法が提案され、金属粉末としてアルミニウム粉末、銅粉末、真鍮粉末、ステンレス粉末の使用が開示されている。しかしながら、この技術では金属粉末として最大厚さが  $1.5 \mu\text{m}$  までの比較的厚みのある粒子が用いられているため、塗膜面から粒子が突出する現象が十分に避けられず、複数回のクリアーコートを施さない限り良好な外観を確保することができない難点がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 近年、ニーズの多様化と個性化の重視傾向が進むに従い、塗膜色彩の上からも上記したような新しい光輝性メタリック顔料の使用が試みられている。しかし、アルミフレーク顔料は長年の製造技術の蓄積があるうえ、塗料および塗装に多用された実績が捨てがたいことから、従来にない強い光輝感のあるアルミフレーク顔料が開発されれば工業的に極めて有益である。

【0006】 一般に、アルミフレーク顔料の光輝性は粒子径と相関があり、粒子径が大きくなるほど光輝感が増すことが知られているが、反面、粒子径が大きくなると塗膜形成時にアルミフレーク顔料の配向の乱れや重なりにより塗膜から粒子が突き出た状態を生じ易く、クリアー塗装してもブツ状あるいはチカチカ状の塗膜となって外観を損ねる問題がある。

【0007】 本発明者らは、アルミフレーク顔料を含む塗料系において強い光輝感と優れた塗膜外観の付与が両立する条件について研究を重ねた結果、特定の平均粒子径、粒子平均厚さおよび粒度分布を備えるアルミフレーク顔料を選択使用すると前記の目的が効果的に達成されることを知見し、本発明の開発に至った。

【0008】 したがって、本発明の目的は、塗膜に強い光輝感と優れた外観を同時に付与することができるアルミフレーク顔料を含むメタリック塗料組成物およびこのメタリック塗料組成物を用いた工業的な塗膜形成方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するための本発明によるメタリック塗料組成物は、(A) 塗膜形成樹脂 100 固形重量部と、(B) 平均粒子径  $D_{50}$  が  $2.0 \pm 5 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み  $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ 、ロジニラムレー線図における勾配  $n$  が 2.7 以上のアルミフレーク顔料 0.1 ~ 30 重量部を含有することを構成上の特徴とする。

【0010】 本発明を構成する塗料成分のうち、ビヒクルとなる塗膜形成用樹脂 (A) には塗料用として一般的に使用されている樹脂類が用いられる。例えば、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、フッ素樹脂などを挙げることができ、通常アミノ樹脂やブロックポ

リソシアネート化合物などの架橋剤と混合して使用に供される。また、これら樹脂類は1種に限らず2種以上を組み合わせ使用することもできる。このほか、常温乾燥により硬化することができる2液型ポリウレタン樹脂やシリコン樹脂なども用いられる。

【0011】メタリック顔料成分として使用されるアルミフレイク顔料(B)には、平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 5 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚みが $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ 、ロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が2.7以上の粒子性状を有するものが選択的に使用される。本発明で規定した各粒子性状は、次の測定方法により求められたものである。平均粒子径 $D_{50}$ は、レーザー回折式粒度分布測定装置により測定される粒径分布の50%値を示す。粒子平均厚み( $\mu\text{m}$ )は、 $[4000 / \text{水面被覆面積}(\text{cm}^2/\text{g})]$ 式により求められた値であり、測定方法は例えば「アルミニウムハンドブック」(昭和47年4月15日発行第9版、社団法人 軽金属協会; 朝倉書店)第1243頁に記載されている。また、ロジン-ラムラー(Rosin-Rammler)線図とは、 $[R = 100 \exp(-bD^n)]$ (式中、 $R$ は最大粒径から粒径 $D$ までの累積重量%、 $D$ は粒径、 $b$ および $n$ は定数である)の式に従う粒度分布を示す粒度線図を指し、その勾配 $n$ とは前記粒度線図における最大粒径から粒径 $D$ までの累積重量%を結んだ直線で代表される前記ロジン-ラムラー式の $n$ 値を意味する。具体的な測定方法は、レーザー回折式粒度分布測定装置を用いて面積基準の粒度分布を求め、得られた粒子径毎の累積分布をロジン-ラムラー線図にプロットして、その直線を平行移動して極点(Po1 P)からの外そう線を引いて $n$ を求める。

【0012】アルミフレイク顔料(B)の平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 5 \mu\text{m}$ の範囲を下回ると粒子が微細となり過ぎて光輝感が現出しなくなり、逆に範囲を越える粒径になると粒子の配向が乱れたり重なり合って塗膜面から突出し、外観不良が生じるようになる。粒子平均厚さが $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$ の範囲は従来のアルミフレイク顔料に比べて相対的に肉厚で、変形し難く、表面平滑性に優れる形態であり、塗膜とした場合に乱反射が抑制されて光輝感を高める機能を営む要件となるもので、この粒子平均厚さが前記範囲未満の場合は光輝感を高めることができなくなり、前記範囲を越える場合はアルミフレイク顔料の配向不良により突出し、塗膜外観不良が生じる。ロジン-ラムラー線図の勾配 $n$ が2.7以上の粒子性状はアルミフレイク顔料の粒度分布が狭いことに特徴づけられ、粒径が揃った粒子が微細粒子に基づく乱反射を抑制して光輝感を高めるとともに、粗大粒子も減少し、良好な塗膜外観の形成をもたらす。より好ましいアルミフレイク顔料の粒子性状は、平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 2 \mu\text{m}$ 、ロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が2.8~3.5の範囲である。

【0013】上記の粒子性状を備えるアルミフレイク顔

料は、例えば予め粒子サイズを一次分級等により選択されたアトマイズアルミニウム球状粉体を、粉碎助剤、脂肪族あるいは芳香族炭化水素系の溶剤からなる粉碎媒体等の共存下で粉碎機により湿式粉碎処理し、湿式状態で篩分級したのちフィルタプレスなどにより固液分離して得ることができ、粒子形状は円形ないし丸みを帯びた扁平状を呈しており、フレイク端部に存在する凹凸状の破断面が極めて少ないものである。

【0014】本発明のメタリック塗料組成物は、上記した塗膜形成樹脂(A)100固形重量部に対しアルミフレイク顔料0.1~30重量部、好ましくは5~25重量部を含有する組成とする。該アルミフレイク顔料の含有量が0.1重量部未満では光輝感が現出させることができなくなり、30重量部を越えると顔料濃度が高くなり過ぎてアルミフレイク顔料の配向乱れが生じ、塗膜表面に粒子が突出する現象を招く。

【0015】上記の塗料系には、必要に応じてその他のフレイク状顔料、着色顔料、各種の添加剤などを共用することができる。フレイク状顔料としては、板状酸化鉄、フタロシアニンフレイク、グラファイト、二酸化チタン被覆マイカ、着色マイカ等を挙げることができ、これらはアルミフレイク顔料の光輝性を妨げない程度の量で使用される。着色顔料は従来から塗料用に常用されているものが用いられ、例えば有機系としてはアゾレーキ系顔料、フタロシアニン系顔料、インジゴ系顔料、ベリリン系顔料、ベリレン系顔料、キノフタロン系顔料、ジオキサジン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、金属錯体顔料等を挙げることができ、無機系としては黄鉛、黄色酸化鉄、ベンガラ、カーボンブラック、二酸化チタン等が挙げられる。着色顔料の添加量は、塗色の色相に合わせて任意に設定される。

【0016】その他の添加剤としては、例えばドデシルベンゼンスルホン酸等の硬化触媒、ベンゾトリアゾール系の紫外線吸収剤、ベンゾフェノール系の酸化防止剤、シリコンや有機高分子等の表面調整剤、タレ止め剤、増粘剤、架橋性重合体粒子(ミクロゲル)などが適宜に使用される。これらの成分は、通常、塗膜形成用樹脂100重量部に対し5重量部以下の配合量で塗料や塗膜の性能を改善することができる。

【0017】上記の成分組成からなる本発明のメタリック塗料系は、有機溶媒型が一般的であるが、これに限られるものではなく非水分散液型、水溶液型、水分散型など各種の形態として塗料構成することができる。塗装に際しては、有機溶剤、水等の溶媒で塗装適性粘度に希釈して用いるが、製造時の固形分は30~70重量%、塗装時の固形分は10~50重量%が好ましい。

【0018】本発明に係る塗膜形成方法は、被塗基材面に上記のメタリック塗料組成物をベースコートしたのち、クリアー塗料をトップコートし、ベースコートおよびトップコートを同時に硬化させるプロセスからなる。

【0019】塗布対象となる被塗基材は、鉄、アルミニウム、銅もしくはこれらの合金を含む金属類を始めとして、ガラス、セメント、コンクリートなどの無機材料、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリアミド、ポリアクリル、ポリエステル、エチレン-ポリビニルアルコール共重合体、塩化ビニル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタン等の樹脂成形品および各種FRPなどのプラスチック材料、木材、繊維材料が該当する。なお、これら被塗基材に予め適宜なアンダーコートやプレコート処理を施すことは任意である。

【0020】塗装は、直接、被塗基材に施すこともできるが、例えば自動車の塗装等においては、通常、表面化成処理後に電着塗料などによる下塗り塗装および中塗り塗装し、塗膜が硬化した後に塗装する。塗装操作は霧化式塗装機を用い、エアスプレー塗装、静電塗装などによって行われる。ベースコートの塗膜は、10~25 $\mu$ mの乾燥膜厚範囲で形成することが好ましい。10 $\mu$ m未満の膜厚では下地隠蔽性が減退して色ムラを生ずる原因となる。

【0021】ついで、ベースコート上に上塗りのクリアー塗料をトップコートとして塗装する。クリアー塗料としては一般に常用される透明性樹脂が使用されるが、必要に応じ透明性を損ねない範囲で着色顔料や各種添加成分を配合してもよい。ベースコートとトップコートは2コート1ベーク方式により同時に硬化させて複合塗膜を形成する。形成するトップコートの好ましい乾燥膜厚は、30~60 $\mu$ mである。

#### 【0022】

【作用】本発明のメタリック塗料組成物によれば、塗膜形成樹脂(A)100固形重量部に対し0.1~30重量部の割合で含有させた特定粒子性状のアルミフレーク顔料(B)が形成塗膜に高い光輝感と優れた外観を与える作用を営む。すなわち、アルミフレーク顔料(B)の平均粒子径 $D_{50}$ が20 $\pm$ 5 $\mu$ mの粒径範囲は、塗膜面から粒子が突出する現象を抑制して良好な塗膜外観を与えるために有効に機能すると同時に、強い光輝感を付与する。粒子平均厚さが0.5~1 $\mu$ m範囲のアルミフレーク形態は、従来のアルミフレーク顔料に比べて相対的に肉厚で、変形し難く、表面平滑性に優れており、光輝感を高める作用をなす。更にロジニール線図の勾配nが2.7以上の狭い粒度分布は、塗膜中に分散する粒径の揃った粒子となり、微細粒子に基づく乱反射を抑制して光輝感を高めるとともに、粗大粒子も減少して良好な塗膜外観の形成するために機能する。これらの各作用が相乗して、常に高い光輝性のある金属反射感と優れた外観を有する塗膜の形成が実現する。

【0023】また、本発明に係る塗膜形成方法によれば、上記したメタリック塗料の成分組成による優れた光輝感ならびに塗膜外観の付与作用に基づき、ベースコー

トとトップコートの2コート1ベーク塗装により正常な光輝性メタリック塗膜を形成することができるから、簡素な塗装工程により工業的に有利な塗膜形成を行うことが可能となる。

#### 【0024】

##### 【実施例】

##### 実施例1

アクリル樹脂(スチレン/メチルメタアクリレート/エチルアクリレート/ヒドロキシエチルメタアクリレート/メタアクリル酸の共重合体、数平均分子量約20000、水酸基価45、酸価15、固形分50%)80固形重量部とメラミン樹脂〔商品名“ユーバン20SE”三井東圧化学(株)製、固形分60%〕20固形重量部を混合した塗膜形成樹脂100固形重量部に対し、平均粒子径 $D_{50}$ が20 $\mu$ m、粒子平均厚みが0.7 $\mu$ m、ロジニール線図の勾配nが3.0のアルミフレーク顔料を16固形重量部を配合し、有機溶媒(トルエン/キシレン/酢酸エチル/酢酸ブチル=70/15/10/5)と共にディゾルバーにより塗装適性粘度になるように攪拌混合してメタリック塗料(シルバーメタリック色)を作製した。

【0025】このメタリック塗料を用い、以下の塗装工程により塗膜を形成した。リン酸亜鉛で化成処理した厚さ0.8mmのダル鋼板基材に、カチオン電着塗料〔日本ペイント(株)製、“パワートップU-50”〕を乾燥塗膜が25 $\mu$ mになるように塗装したのち、160℃で30分間焼付けた。この電着塗膜面に中塗塗料〔日本ペイント(株)製、“オルガS-90シーラー”〕を乾燥塗膜が40 $\mu$ mになるようにエアスプレー塗装し、140℃で30分間焼付けして試験板を作製した。この試験板の表面に上記のメタリック塗料を乾燥塗膜が16~20 $\mu$ mになるように塗装した。塗装は静電塗装機〔ランズバークゲマ社製、Auto REA〕を用い霧化圧2.8kq/cm<sup>2</sup>でおこない、塗装中のブースの雰囲気は温度25℃、湿度75%に保持した。塗装後3分間セッティングを施したのち、アクリル/メラミン樹脂系クリアー塗料〔日本ペイント(株)製、“スーパーラックO-100”〕を乾燥膜厚が約35 $\mu$ mになるよう塗装した。ついで、約10分間室温でセッティングしたのち、140℃で30分間焼付けた。

【0026】このようにして形成した塗膜につき、下記の測定方法により光輝性および塗膜外観を評価した。

(1) 光輝性：顕微光沢計〔スガ試験機(株)製〕を使用し、光学系の条件を塗面の垂線から30°の入射角で照射し、その反対方向から受光角20°で受光するように設定し、測定幅20mmとし、0.2mmのピッチ間隔で反射特性を記録した。さらに0.2mmステップで3.8mmまで移動させて合計20個の反射特性を測定した。各反射特性の波形をデータ処理(JIS B0601に準拠)して光輝感の強さを自乗平均値(Rq)として、20個の平均値を求めた。該自乗平均値(Rq)が高いことは、反

射特性波形の振幅が大きく、光輝感が高いことを示す。  
また、明度( $L^*$ )をカラーコンピュータ〔スガ試験機  
(株)製、SM-5〕で測定し、自乗平均値( $Rq$ )との比( $Rq/L^*$ )を算出したが、この値も光輝感の指標となる。

(2) 塗膜外観；携帯写像鮮明度測定器〔スガ試験機  
(株)製〕を用い、NSICを求めた。このNSICが  
大きいことは、鮮明度および鮮映度などが高く、塗膜外  
観が優れていることを示す。

【0027】また、目視観察により輝度感および塗膜外  
観を下記の判定基準で評価した。

(3) 輝度感；

- ◎ … 輝度感が非常に強い
- … 輝度感が強い
- △ … 輝度感がやや認められる
- × … 輝度感が弱い

(2) 塗膜外観；

- … チカチカ感(異物感)がない
- × … チカチカ感(異物感)が多い

【0028】得られた評価結果を、メタリック塗料に用  
いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表1に  
示した。

【0029】実施例2

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が2  
0 $\mu m$ 、粒子平均厚みが0.6 $\mu m$ 、ロジン-ラムラー  
線図の勾配 $n$ が2.8の粒子性状を有するアルミフレー  
ク顔料に変え、その他は実施例1と同一条件によりメタ  
リック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られた評  
価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料  
の粒子性状と対比させて表1に併載した。

【0030】実施例3

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が2  
2 $\mu m$ 、粒子平均厚みが0.7 $\mu m$ 、ロジン-ラムラー

線図の勾配 $n$ が2.9の粒子性状を有するアルミフレー  
ク顔料に変え、その他は実施例1と同一条件によりメタ  
リック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られた評  
価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料  
の粒子性状と対比させて表1に併載した。

【0031】比較例1

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が3  
0 $\mu m$ 、粒子平均厚みが1.0 $\mu m$ 、ロジン-ラムラー  
線図の勾配 $n$ が2.6の粒子性状を有するアルミフレー  
ク顔料に変え、その他は実施例1と同一条件によりメタ  
リック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られた評  
価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料  
の粒子性状と対比させて表1に併載した。

【0032】比較例2

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が1  
7 $\mu m$ 、粒子平均厚みが0.3 $\mu m$ 、ロジン-ラムラー  
線図の勾配 $n$ が2.3の粒子性状を有するアルミフレー  
ク顔料に変え、その他は実施例1と同一条件によりメタ  
リック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られた評  
価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料  
の粒子性状と対比させて表1に併載した。

【0033】比較例3

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が1  
3 $\mu m$ 、粒子平均厚みが0.3 $\mu m$ 、ロジン-ラムラー  
線図の勾配 $n$ が2.7の粒子性状を有するアルミフレー  
ク顔料〔東洋アルミニウム(株)製、"アルミペースト  
7640NS"〕に変え、その他は実施例1と同一条件により  
メタリック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られ  
た評価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク  
顔料の粒子性状と対比させて表1に併載した。

【0034】

〔表1〕

例No.	実 施 例			比 較 例		
	1	2	3	1	2	3
〔顔料の粒子性状〕						
平均粒子径 $D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	20	20	22	30	17	13
平均粒子厚み ( $\mu\text{m}$ )	0.7	0.6	0.7	1.0	0.3	0.3
勾 配 $n$	3.0	2.8	2.9	2.6	2.3	2.7
〔測定評価結果〕						
明 度 $L^*$	84.1	83.8	84.3	83.5	83.9	84.6
自乗平均値 $Rq$	153	149	156	158	86	62
$Rq/L^*$	1.8	1.8	1.9	1.9	1.0	0.7
NSIC	62	65	60	25	67	75
〔目視判定結果〕						
輝度感	◎	◎	◎	◎	△	×
塗膜外観	○	○	○	×	○	○

【0035】表1の結果から、本発明の要件を満たす実施例は比較例に比べていずれも高い光輝性と優れた塗膜外観を示している。これに対し、平均粒子径が $30\mu\text{m}$ と粗く勾配 $n$ が2.7未満の比較例1は光輝感には優れるものの塗膜外観が極端に悪く、勾配 $n$ が低く平均粒子厚みが $0.5\mu\text{m}$ 未満の比較例2では塗膜外観は良好であるが光輝感が減退し、また平均粒子径が小さく平均粒子厚みが薄い比較例3では乱反射により光輝感が極端に低下していることが認められた。

#### 【0036】実施例4

実施例1のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の配合量を22.5重量部とし、これにカーボンブラック着色顔料を6.3重量部添加した。なお、着色顔料には、カラー用カーボンブラック〔デグサ社製、“デグサカーボンFW200P”〕1.7重量部とアクリル樹脂ワニス（スチレン/メチルメタアクリレート/エチルアクリレート・ヒドロキシエチルメタアクリレート/メタアクリル酸の共重合体、数平均分子量約20000、水酸基価45、酸価15、固形分50%）56.7重量部をディゾルバーで予備混合し、サンドグラインドミルで粒度が $10\mu\text{m}$ 以下になるまで分散し、ついでメラミン樹脂ワニス〔商品名“ユーバン20SE”三井東圧化学（株）製、固形分60%〕22.9重量部、トリエチルアミン0.5重量部、有機溶媒（トルエン/キシレン/酢酸エチル/酢酸ブチル=70/15/10/5）18.2重量部を添加してディゾルバーで20分間混合した原色ペーストを用いた。その他は実施例1と同一条件によりメタリック塗料調製し、明度（ $L^*$ 値）が38近傍になるようにメタリック塗料と原色ペーストを適量混合してメタリック塗料（グレーメタリック色）を調製および塗膜形成を行い、

得られた評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表2に示した。

#### 【0037】実施例5

実施例4のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の種類を実施例2のものに変え、その他は実施例4と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を行い、その評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表2に併載した。

#### 【0038】実施例6

30 実施例4のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の種類を実施例3のものに変え、その他は実施例4と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を行い、その評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表2に併載した。

#### 【0039】比較例4

40 実施例4のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の種類を比較例1のものに変え、その他は実施例4と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を行い、その評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表2に併載した。

#### 【0040】比較例5

50 実施例4のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の種類を比較例2のものに変え、その他は実施例4と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を行い、その評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表2に併載した。

#### 【0041】比較例6

実施例4のメタリック塗料組成のうちアルミフレーク顔料の種類を比較例3のものに変え、その他は実施例4と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を

行い、その評価結果をメタリック塗料に用いたアルミフ  
レーク顔料の粒子性状と対比させて表2に併載した。 \* 【0042】  
\* 【表2】

例No.	実 施 例			比 較 例		
	4	5	6	4	5	6
〔顔料の粒子性状〕						
平均粒子径 $D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	20	20	22	30	17	13
平均粒子厚み ( $\mu\text{m}$ )	0.7	0.6	0.7	1.0	0.3	0.3
勾 配 $n$	3.0	2.8	2.9	2.6	2.3	2.7
〔配合量 (重量部)〕						
アルミフレーク顔料	22.5	22.5	22.5	22.5	10.4	8.7
着色顔料	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3
〔測定評価結果〕						
明 度 $L^*$	38.8	38.2	39.2	37.5	37.9	38.3
自乗平均値 $Rq$	47.1	45.2	48.4	43.9	29.1	22.1
$Rq / L^*$	1.2	1.2	1.2	1.2	0.8	0.6
NSIC	67	70	65	36	74	83
〔目視判定結果〕						
輝度感	◎	◎	◎	◎	△	×
塗膜外観	○	○	○	×	○	○

【0043】表2の結果から、これらの例では黒色系の着色顔料を添加した関係で相対的に明度および自乗平均値等が低い値になっているが、実施例と比較例との評価差は表1と概ね同様であった。

【0044】上記の実施例を含めて本発明の好ましい実施態様を列挙すると、以下ようになる。

(1) アルミフレーク顔料の平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 2 \mu\text{m}$ であるメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(2) アルミフレーク顔料のロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が、2.8~3.5であるメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(3) アルミフレーク顔料の平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 2 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み0.5~1 $\mu\text{m}$ 、ロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が、2.8~3.5であるメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(4) アルミフレーク顔料の含有量が、塗膜形成樹脂100固形重量部当たり5~25重量部であるメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(5) アルミフレーク顔料と着色顔料を併用するメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(6) 塗膜形成樹脂が、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂またはフッ素樹脂の少なくとも1種であるメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

(7) アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂またはフッ素樹脂の少なくとも1種と架橋剤を含む塗膜形成樹脂100固形重量部に対し、平均粒子径 $D_{50}$ が $20 \pm 2 \mu\text{m}$ 、粒子平均厚み0.5~1 $\mu\text{m}$ 、ロジン-ラムラー線図における勾配 $n$ が、2.8~3.5の粒子性状を有するアルミフレーク顔料5~25重量部を含有するメタリック塗料組成物および塗膜形成方法。

【0045】

【発明の効果】以上のとおり、本発明によれば特定粒子性状のアルミフレーク顔料を用いることにより、微細粒子でありながら乱反射を巧みに抑制して、従来のアルミフレーク顔料では付与することが困難であった高い光輝感と優れた塗膜外観を同時に発現するメタリック塗料組成物の提供が可能となる。また、本発明の塗膜形成方法に従えば、上記成分組成の塗料を用いて2コート1ベーク塗装系による効率的な工程で塗装操作を行うことができる。したがって、高級塗色が要求される自動車車体の外面塗装をはじめ、各種の被塗基材に高品質の光輝性塗膜を形成する目的に極めて有用である。



【手続補正書】

【提出日】平成7年1月30日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】比較例3

実施例1のアルミフレーク顔料を、平均粒子径 $D_{50}$ が $13\mu\text{m}$ 、粒子平均厚みが $0.3\mu\text{m}$ 、ロジニール線図の勾配 $n$ が2.7の粒子性状を有するアルミフレーク顔料に変え、その他は実施例1と同一条件によりメタリック塗料の調製および塗膜形成を行った。得られた評価結果を、メタリック塗料に用いたアルミフレーク顔料の粒子性状と対比させて表1に併載した。